

FLAT SOFT MAGNETIC POWDER AND COMPOSITE MAGNETIC SHEET USING THE SAME**Publication number:** JP2003332113**Publication date:** 2003-11-21**Inventor:** KOYAMA HARUO; SUZUKI KIYOSHI; YAHAGI SHINICHIRO**Applicant:** DAIDO STEEL CO LTD**Classification:****- international:** B22F1/00; H01F1/20; H05K9/00; B22F1/00; H01F1/12; H05K9/00; (IPC1-7): H01F1/20; B22F1/00; H05K9/00**- european:****Application number:** JP20020132768 20020508**Priority number(s):** JP20020132768 20020508**Report a data error here****Abstract of JP2003332113**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a composite magnetic sheet in which soft magnetic powder is scattered in a matrix of rubber to form a sheet, wherein in order to attain high electromagnetic wave absorption performance, performance intrinsically included in a high magnetic permeability alloy is exhibited, thereby fabricating the composite magnetic sheet having the high magnetic permeability.

SOLUTION: Powder is obtained by flattening the soft magnetic powder, and the powder to be used satisfies either or preferably both of conditions that an oxygen quantity thereof is 1.5 weight % or below, preferably 1.0 weight % or below, or a ratio TD/D of a tap density (density obtained after tapping at a stroke length of 4 mm is carried out 1,000 times) TD of the powder to a real density D is in the range of 0.05 to 0.25.

COPYRIGHT: (C)2004,JPO

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-332113

(P2003-332113A)

(43) 公開日 平成15年11月21日 (2003. 11. 21)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-リ-ト (参考) |
|-------------------------------------|------|--------------|-------------|
| H 0 1 F 1/20 | | H 0 1 F 1/20 | 4 K 0 1 8 |
| B 2 2 F 1/00 | | B 2 2 F 1/00 | B 5 E 0 4 0 |
| | | | Y 5 E 0 4 1 |
| H 0 1 F 1/00 | | H 0 5 K 9/00 | M 5 E 3 2 1 |
| H 0 5 K 9/00 | | H 0 1 F 1/30 | |
| 審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 5 頁) 最終頁に続く | | | |

(21) 出願番号 特願2002-132768 (P2002-132768)

(22) 出願日 平成14年 5 月 8 日 (2002. 5. 8)

(71) 出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72) 発明者 小山 治雄

愛知県名古屋市港区竜宮町10番地 大同特殊鋼株式会社築地工場内

(72) 発明者 鈴木 喜代志

愛知県名古屋市港区竜宮町10番地 大同特殊鋼株式会社築地工場内

(74) 代理人 100070161

弁理士 須賀 総夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 偏平状軟磁性粉末およびそれを用いた複合磁性シート

(57) 【要約】

【課題】 軟磁性粉末をゴムのマトリクス中に分散させシートに成形してなる複合磁性シートにおいて、高い電磁波吸収性能を達成するため、高透磁率合金が本来持っているはずの性能を発揮させ、高い透磁率を有する複合磁性シートの製造を可能にすること。

【解決手段】 軟磁性粉末を偏平化处理して得た粉末であって、その酸素量が1.5重量%以下、好ましくは1.0重量%以下であること、または、粉末のタップ密度(ストローク長4mmのタッピングを1000回行った後の密度)TDと真密度Dとの比TD/Dが0.05~0.25の範囲にあること、のどちらか、好ましくは両方の条件を満たす粉末を使用する。

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 軟磁性粉末を偏平化处理して得た粉末であって、その酸素含有量が1.5重量%以下であることを特徴とする偏平状軟磁性粉末。

【請求項2】 軟磁性粉末を偏平化处理して得た粉末であって、粉末のタップ密度TDと真密度Dとの比TD/Dが0.05~0.25の範囲にあることを特徴とする偏平状軟磁性粉末。

【請求項3】 請求項1に記載した偏平状軟磁性粉末を製造する方法であって、軟磁性合金の溶湯を不活性ガスによりアトマイズして酸素含有量0.1%以下の粉末を得、これを偏平化处理して酸素量が1.5重量%以下である軟磁性粉末を得ることからなる製造方法。

【請求項4】 偏平状軟磁性粉末の偏平度が10以上である請求項1または2の偏平状軟磁性粉末。

【請求項5】 請求項1ないし4のいずれかに記載の偏平状軟磁性粉末を、ゴムのマトリクス中に分散させてシート状に成形してなる複合磁性シート。

【請求項6】 偏平状軟磁性粉末として、2種以上の軟磁性合金の粉末からなる混合物を使用した請求項5の複合磁性シート。

【請求項7】 軟磁性合金の粉末の混合物として、混合物を構成する少なくとも1種の合金に、Fe-Si-Al合金、Fe-Si合金およびFe-Ni合金から選んだものを使用した請求項6の複合磁性シート。

【請求項8】 マトリクスを形成するゴムとして、塩素化ポリエチレン、アクリルゴムおよびエチレンアクリルゴムから選んだものを使用した請求項5の複合磁性シート。

【請求項9】 マトリクスを形成するゴムの溶媒溶液に、請求項1ないし4のいずれかに記載した偏平状軟磁性粉末を分散させ、この分散液を基材上に塗工し、塗膜を乾燥させたのち、基材からシートを回収する諸工程からなる複合軟磁性シートの製造方法。

【請求項10】 請求項9に記載した製造方法において回収したシートに、加熱状態で、シート面に対して垂直な方向に圧力を加え、密度を高めるとともに扁平な軟磁性粉末の配向性を改善する工程を付加した複合軟磁性シートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電磁波吸収性能を有する複合磁性シートの材料として有用な、偏平状軟磁性粉末に関する。本発明はまた、この偏平状軟磁性粉末の製造方法、それを使用した複合磁性シート、およびその製造方法にも関する。

【0002】本発明において、「タップ密度TD」とは、粉末を容積18mlのメスシリンダーに充填し、ストローク長4mm、タップ回数1000回の上下振動を与えたのちの密度である。「扁平度」の語は、扁平粉末を面

2

方向から見たときの長径と短径の平均を、横方向から見たときの最も厚い部分と最も薄い部分との厚さの平均値で除した値として定義される。

【0003】

【従来の技術】近年、デジタル電子機器をはじめとし、高周波を利用する電子機器類の普及が進んでおり、中でも準マイクロ波帯域を使用する移動体通信機器類の普及がめざましい。このような移動体通信機器、たとえば携帯電話などでは、小型化・軽量化のニーズが高く、それにとまって、電子部品も高密度実装化の方向で開発が進んでいる。しかし、過密な実装は、電子部品やプリント配線、あるいはモジュール間の配線における静電結合や電磁結合を引き起こし、それが機器の正常な動作を妨げることが少なくない。

【0004】パソコンやデジタルカメラなどの一般家電品においても、デジタル電子機器の高クロック化が進み、それにつれて輻射ノイズが発生しやすくなっている。このような輻射ノイズは広範囲の周波数成分を含むことから、周辺機器に対して悪影響をおよぼしやすく、

【0005】このような問題に対処するため、軟磁性物質の粉末をゴムやプラスチックなどのマトリクス材料中に分散させてなる複合磁性体シートが、電磁波吸収体として開発され、実用化されている。

【0006】複合磁性シートの電磁波吸収性能を高くするには、そのシートの透磁率を高くする必要があることが知られている。複合磁性シートの透磁率は、その中に分散させた粉末の磁気特性、粉末の形状および粉末の充填量に大きく依存する。

【0007】これらの観点から、まず軟磁性粉末を構成する金属として、Fe-Si-Al合金、Fe-Si合金またはFe-Ni合金など、それ自体で透磁率の高いものが選択されている。軟磁性粉末の形状は、球状では反磁界によって実効的な透磁率が低減してしまうことから、扁平な粉末が好ましく、軟磁性粉末を扁平な形状に加工することによって磁性粉末の実効透磁率を高く保つ努力がなされている。

【0008】複合磁性シートの製造方法として、これまでは、軟磁性粉末とゴムなどのマトリクス材料とを混練し、ロールで圧延してシートにする方法が主として採用されてきた。しかしこの製法は、製造過程で軟磁性粉末に大きな歪みが生じ、そのため軟磁性粉末の透磁率が低下して、軟磁性材料本来の性能を発揮できないことが多い。そこで、シート製造の過程で軟磁性粉末になるべく応力を与えない製造方法として、塗工法が重視されるようになった。塗工法は、ゴムのようなマトリクスを形成する材料を適宜の溶媒に溶かした溶液を用意し、これに軟磁性粉末を分散させ、分散液を基材上に塗工し、塗膜を乾燥させたのち、得られたシートを回収するという一連の工程からなる。

(3)

3

【0009】上記した軟磁性粉末の扁平化による透磁率の向上は、おのずから限界がある。まず、扁平化のためのアトライターやボールミルを使用した処理は、長時間続けても、効果が飽和するか、悪くすると、かえって扁平度が低下する。これは、いったん扁平になった粉末が、さらなる処理をしても、それ以上は扁平にならないか、または処理によって切断され、細分化されるためと解される。扁平度を高めた軟磁性粉末は、前記の塗工法によりシート化するのに、必ずしも有利ではない。塗布の作業性が低いだけでなく、得られたシートの密度が低い、つまり粉末の充填性がよくないからである。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高い透磁率を有する複合磁性シートの製造という目標への努力を阻んでいる隘路を開き、高透磁率合金が本来持っているはずの性能を発揮させるための、粉末扁平化における改善策、および粉末扁平化とは別の局面における改善策を提供し、高い透磁率をもった複合磁性シートを与える軟磁性粉末を提供することにある。そのような軟磁性粉末の製造方法、それを材料とする高い透磁率をもった複合磁性シート、およびその製造方法を提供することもまた、本発明の目的に含まれる。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成する本発明の扁平状軟磁性粉末には、二つの態様がある。まず、粉末扁平化とは別の局面における改善策は、粉末中の酸素量の低減である。この態様における本発明の透磁率が高い扁平状軟磁性粉末は、軟磁性粉末を扁平化処理して得た粉末であって、その酸素量が1.5重量%以下であることを特徴とする。酸素量は、1.0重量%以下であることが好ましい。

【0012】つぎに、粉末扁平化の局面における改善策は、粉末のタップ密度が適切な値になるように選択することである。この態様における本発明の透磁率が高い扁平状軟磁性粉末は、軟磁性粉末を扁平化処理して得た粉末であって、粉末のタップ密度TDと真密度Dとの比TD/Dが、0.05~0.25の範囲にあることを特徴とする。

【0013】

【発明の実施形態】上述の二つの改善策は、少なくとも一方を実施すれば好成績が得られるが、両方の条件が同時に満たされる扁平状軟磁性粉末であれば、いっそう好ましい。

【0014】酸素含有量が低い軟磁性粉末を得るには、まず酸素含有量の低い粉末を得、その粉末に、できるだけ酸素が入ってこない扁平化処理を行なえばよい。扁平化処理は、粉末の表面積を増大させ、増加した表面積は少なからず酸化を受けるため、全体として酸素含有量の増加を招くことが避けられない。したがって、扁平化処理に供する粉末の酸素量を低減することが必要とな

4

る。具体的には、軟磁性合金の溶湯を不活性ガスによりアトマイズし、酸素含有量0.1%以下の粉末を得、これを扁平化処理して、酸素量が1.5重量%以下である軟磁性粉末を得ることである。好適な操作を行なえば、ガスアトマイジングにより酸素含有量0.05%以下の粉末を得ることができ、これを扁平化処理して、酸素量が1.0重量%以下である軟磁性粉末を得ることができる。

【0015】酸素量を低くすることにより磁気特性が改善されるメカニズムとしては、粉末内に含まれる微細な酸化物の類が減少し、磁区の回転が容易になることが、まず考えられる。酸化物が少ないことは結晶粒の成長を可能にするから、焼鈍工程などの熱処理工程を行なったときは、結晶粒が粗大化し、その結果として磁気特性が良好になることも、透磁率に有利に作用する。従来の粉末製造法においては、アトマイズにより得た粉末の酸素含有量について関心が払われなかったから、1.5重量%を超える酸素が含有されている。

【0016】粉末のタップ密度TDと真密度Dとの比TD/Dが0.05~0.25の範囲にあることは、とくに塗工法による複合磁性シートの製造において、高い充填率を可能にする点で効果がある。タップ密度が低く、TD/Dが0.05に満たない軟磁性粉末は、シートにしたときの粉末の充填性が低いため、複合磁性シートの磁気特性が確保できない。一方、タップ密度が高ければ、シートにしたときの充填率が高く得られるが、TD/Dが0.25を超えるような高すぎる値の場合は、金属粉末が分散液中で沈降、分離してしまうため、得られた複合磁性シートの機械強度が低かったり、表面的な剥離が生じやすかったりする。

【0017】軟磁性粉末の扁平度は、10以上であることが好ましい。より好ましくは、20以上である。高い扁平度を達成することによって、粉末に発生する反磁界を低減できるため、粉末自身の透磁率が向上し、結果として複合シートの透磁率も向上する。

【0018】本発明の複合磁性シートは、上記したいずれかの軟磁性粉末を、ゴムのマトリクス中に分散させるシートである。シートの製造は、前述のように、混練-圧延の工程による方法が一般的であり、粉末の充填率も理論密度に近い高い値が実現するが、加工中に軟磁性粉末に歪が生じて材料本来の磁気特性を確保することが困難であるから、塗工法の方がすぐれている。しかし、塗工法には、乾燥時に溶媒が脱気し、その部分が気孔となって残るため、粉末の充填率が低くなるという悩みがある。

【0019】複合磁性シートの製造に当たっては、扁平状軟磁性粉末として、2種以上の軟磁性合金の粉末からなる混合物を使用することが有利である。一般に、複合磁性シートに含有させる扁平状粉末の合金成分によって、透磁率 μ の帯域が異なる。そこで、広帯域にわたる

(4)

5

ノイズ抑制を行なおうとする場合には、透磁率の帯域が異なる合金成分をもつ粉末を、適切に組み合わせて混合使用する。

【0020】この場合、それ自体の透磁率が高い材料を少なくとも1種、選択して使用することが必要となる。そこで、軟磁性合金の粉末の混合物を構成する少なくとも1種の合金に、Fe-Si-Al合金、Fe-Si合金およびFe-Ni合金から選んだものを使用する。

【0021】扁平状軟磁性粉末を結合してシートにするためのマトリクス材料には、塩素化ポリエチレン、アクリルゴムおよびエチレンアクリルゴムから選んだものが適当である。塩素化ポリエチレンは、上記の軟磁性合金に最もなじみやすく、充填率を高くできるゴムであるから、好んで使用されている。複合磁性シートに耐熱性をもたせたい場合は、アクリルゴムまたはエチレンアクリルゴムを選択する。

【0022】複合磁性シートの製造方法として、塗工法が好ましいことは前述のとおりであるが、これもすでに述べたように、塗工法には、扁平状軟磁性粉末の分散液に含まれていた溶剤が乾燥時に脱気した後が、気孔となって残るためシート全体の密度が高くない、という制約があり、また、扁平状磁性粉末の配向性も塗工のままでは高くない、という問題がある。これらの点を改善するには、塗工法により製造した複合磁性シートに、加熱状態で、シート面に対して垂直な方向に圧力を加える工程を付加するとよい。これにより、シートの密度が高まるとともに、扁平な軟磁性粉末の配向性が改善される。

【0023】

【実施例】Fe-Si-Al、Fe-NiおよびFe-Crの3種の軟磁性合金を、アルゴンガスを用いたアトマイジングにより、粉末化した。各粉末の酸素含有量を分析したのち、つぎの配合でアトライターに入れて扁平化処理した。処理時間は、粉末の粒度や機械的性質、アトライターに充填する媒体やボールの量によって異なるが、ここでは、あらかじめ最適であることがわかっている時間として、Fe-Si-Al合金は24時間、Fe-Cr合金は12時間、Fe-Ni合金は6時間を採用した。

粉末：1.8kg

媒体：1.8L（キシレン）

ボール：18kg（SUSJ2、径4.8mm）

潤滑剤：18g（ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウムなど）

【0024】扁平化処理による粉末の歪みを除去するため、アルゴン雰囲気下、800℃×2時間の焼鈍を行

6

なった。焼鈍温度は、高温ほど保磁力が低くなって好ましいとはいえ、焼結は避けなければならない。焼結温度は、材料とその粒度によって異なるが、これらの合金粉末に関しては、およそ800℃までが適切である。

【0025】焼鈍後の粉末について、酸素含有量を分析するとともに、扁平度およびタップ密度を測定した。扁平度の測定装置としては、「タップデンサーKYT-4000」（セイシン企業製）を使用した。

【0026】トルエン300重量部に塩素化ポリエチレン10重量部を溶解してゴムの溶液をつくり、そこへ、上で用意した扁平状軟磁性粉末を90重量部投入し、混合して分散液とした。この分散液を、基材として選んだポリエステル樹脂フィルムの上に、ドクターブレード法により塗布した。ブレードと基材との間隙は、0.2mmに設定した。放置して、自然乾燥させた。乾燥後の厚さは100μmである。

【0027】基材上から回収した複合磁性シートに、圧力0.5t/cm²、温度100℃×3分間のプレスを行なった。プレス後のシートから40mm角の小片を切り出し、その容積と重量から、密度を算出した。最後に、複合磁性シートの低周波域（1MHz）および高周波域（1GHz）における透磁率を測定した。それぞれの測定法は、下記のとおりである。

【0028】〔低周波透磁率〕複合磁性シートを、外径7mm、内径3mmのリング状体に打ち抜き、それに12ターンの巻線を施してアジレントテクノロジー社製の測定器「プレジジョンインピーダンスアナライザHP4294A」を用いて1MHzのインピーダンスを測定し、その値から透磁率を算出。

【0029】〔高周波透磁率〕同じくアジレントテクノロジー社製の高周波インピーダンス測定器「RFインピーダンス/マテリアル・アナライザHP4291B」を用いて、1GHzの透磁率を測定。

【0030】軟磁性合金の合金組成、アトマイズ粉末の含有酸素量、扁平化粉末の扁平度、酸素含有量およびタップ密度と真密度との比、複合磁性シートの密度、ならびに透磁率の値とともに、表1および表2に示す。表1は各軟磁性合金の粉末を単独で使用した場合のデータを、表2はそれらを組み合わせ使用した場合のデータをそれぞれ掲げている。前記3種の軟磁性合金のうち、Fe-Cr合金は、透磁率が低いので単独では使用しないが、複合磁性シートの使用周波数帯域を広げる上で有用であるから、Fe-Si-Al合金またはFe-Ni合金に対して配合使用した。

【0031】

(5)

7

8

表 1

| 区 分 | 鋼 種 | 原粉末酸素 量(重量%) | 配合比 (重量%) | 扁平度 | 扁平粉末素 量(重量%) | TD/D | シート密 度(g/cm ³) | 透 磁 率 | |
|-------|----------|-----------------|--------------|-----|-----------------|------|-------------------------------|-------|------|
| | | | | | | | | 1MHz | 1GHz |
| 比較例 1 | Fe-Si-Al | 0.20 | 100 | 16 | 2.01 | 0.20 | 0.67 | 61.3 | — |
| 比較例 2 | Fe-Si-Al | 0.06 | 100 | 16 | 0.87 | 0.28 | 0.75 | 75.3 | — |
| 比較例 3 | Fe-Si-Al | 0.06 | 100 | 15 | 1.89 | 0.04 | 0.49 | 68.3 | 1.2 |
| 実施例 1 | Fe-Si-Al | 0.06 | 100 | 24 | 1.07 | 0.21 | 0.69 | 90.3 | — |
| 実施例 2 | Fe-Si-Al | 0.06 | 100 | 31 | 1.34 | 0.09 | 0.64 | 94.1 | — |
| 実施例 3 | Fe-Si-Al | 0.01 | 100 | 30 | 1.06 | 0.10 | 0.62 | 101.2 | — |
| 比較例 4 | Fe-Si-Al | 0.07 | 100 | 17 | 1.91 | 0.03 | 0.47 | 59.3 | — |
| 実施例 4 | Fe-Ni | 0.07 | 100 | 23 | 1.01 | 0.19 | 0.60 | 89.3 | — |
| 実施例 5 | Fe-Ni | 0.07 | 100 | 37 | 1.43 | 0.11 | 0.54 | 92.1 | — |

【0032】

表 2

| 区 分 | 鋼 種 | 原粉末酸素 量(重量%) | 配合比 (重量%) | 扁平度 | 扁平粉末素 量(重量%) | TD/D | シート密 度(g/cm ³) | 透 磁 率 | |
|-------|----------|-----------------|--------------|-----|-----------------|------|-------------------------------|-------|------|
| | | | | | | | | 1MHz | 1GHz |
| 実施例 6 | Fe-Si-Al | 0.06 | 80 | 21 | 1.21 | 0.21 | 0.64 | 72.1 | 7.5 |
| | Fe-Cr | 0.08 | 20 | | | | | | |
| 実施例 7 | Fe-Si-Al | 0.06 | 60 | 23 | 1.32 | 0.18 | 0.60 | 67.1 | 13.1 |
| | Fe-Cr | 0.08 | 40 | | | | | | |
| 実施例 8 | Fe-Ni | 0.07 | 80 | 27 | 1.28 | 0.19 | 0.67 | 70.1 | 7.8 |
| | Fe-Cr | 0.08 | 20 | | | | | | |

【0033】

【発明の効果】本発明の扁平状軟磁性粉末は、軟磁性合金の扁平な粉末において、酸素含有量を特定の限度以下にするか、もしくはタップ密度を特定の範囲に選択して複合磁性シートにおける粉末充填率を高めるか、またはその両者を併用するかにより、高い透磁率をもった複合磁性シートを与えることができる軟磁性粉末である。本発明の軟磁性粉末の製造方法は、酸素含有量を特定の限度以下に抑えた粉末を提供することができる。

【0034】この扁平状軟磁性粉末をゴムのマトリクス中に分散させ、シート状に成形してなる本発明の複合磁性シートは、軟磁性合金粉末が本来有していた高い透磁率を保持し、電磁波吸収体としてすぐれた性能を発揮する。したがって、携帯電話、デジタルカメラ、CD-RWなどの電子機器の部品として使用したとき、電子機器の筐体、ケーブル、IC、部品からの輻射ノイズの低減、ケーブルやパターンにおける伝導ノイズの低減、さらに発振電波の乱反射の防止に有用である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テーマコード(参考)

H 0 1 F 1/00

C

(72)発明者 矢萩 慎一郎

愛知県名古屋市中区栄町10番地 大同特
殊鋼株式会社築地工場内

Fターム(参考) 4K018 BA16 BC08 BC11 BD01 KA43
5E040 CA13
5E041 AA02 AA04 AA07 BB03 CA06
5E321 BB33 BB53 GG11